

# 用原子力显微镜研究形状记忆合金中裂纹形核和扩展\*

陆永浩 梁松 乔利杰 褚武扬

(北京科技大学材料物理系, 北京 100083)

**摘要** 运用原子力显微镜 (AFM) 对形状记忆合金 CuNiAl 中裂纹扩展行为进行了观察. 观察表明, 拉伸时, 裂纹尖端首先产生马氏体, 纳米微裂纹择优沿马氏体相界面形核. 但当外力较大, 且裂纹扩展距离较长使裂尖应力集中足够大时, 不但能诱发马氏体相变, 也可出现滑移带. 一旦出现滑移带, 裂纹也可沿马氏体或滑移带交替扩展.

**关键词** CuNiAl 形状记忆合金, 裂纹, 滑移, 马氏体, 原子力显微镜 (AFM)

**中图分类号** TG115.21, TG139<sup>+</sup>.6 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2002)03-0261-04

## AFM OBSERVATION OF CRACK PROPAGATION IN CuNiAl SHAPE MEMORY ALLOY

LU Yonghao, LIANG Song, QIAO Lijie, CHU Wuyang

Department of Materials Physics, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

Correspondent: LU Yonghao, associate professor, Tel: (010)62934499, Fax: (010)62932345,

E-mail: luyonghao@2911.net

Supported by Major State Basic Research Projects of China (No.G1990650) and National Natural Science Foundation of China (No.19891180)

Manuscript received 2001-04-13, in revised form 2001-11-13

**ABSTRACT** The nucleation and propagation behaviors of cracks in CuNiAl shape memory alloy were observed using atom force microscopy (AFM). The results indicate that the martensite firstly formed at crack tip, the microcrack in nanometer is preferential to nucleate along martensite interface upon loading. When the external load was relatively big, the crack relatively long, thus the concentrated stress big enough, not only the martensite transformation, but also the slip bands are induced. Once the slip bands formed, the crack will propagate along martensite and slip bands alternatively.

**KEY WORDS** CuNiAl shape memory alloy, crack, slip, martensite, atom microscopy (AFM)

一系列透射电镜 (TEM) 原位观察表明, 对金属材料, 包括脆性金属间化合物, 加载时首先发射位错, 只有当位错发射、运动达到临界条件才会导致微裂纹形核<sup>[1-3]</sup>. 即使对应力腐蚀<sup>[4]</sup>、氢脆<sup>[5]</sup>以及液体致脆<sup>[6]</sup>, 局部塑性变形也是脆性裂纹形核的先决条件. 但以上实验基本上都基于结构材料. 对于功能材料, 例如脆性的形状记忆合金, 情况是否也是如此呢? 对形状记忆合金, 应力能诱发马氏体相变. 因此, 加载时裂尖应力集中不仅能引起局部塑性变形, 也能引起马氏体相变. 这两者之间是否有关连呢? 微裂纹形核和局部塑性变形以及马氏体相变的关系又如何呢? 这正是本文的研究目的之一. 在金相显微镜和扫描电镜 (SEM) 下对 CuNiAl 形状记忆合金原位拉伸的

结果表明, 加载初期缺口或裂纹前端只发生可逆的马氏体相变, 不出现滑移线. 当载荷增大时, 微裂纹就从马氏体界面形核、扩展, 它们和位错的发射、运动无关. 只有当外载足够大, 裂纹扩展一定距离, 裂尖应力集中足够大后才出现滑移线<sup>[7]</sup>. 用金相显微镜很难分辨滑移线和马氏体中的孪晶条纹. 在透射电镜下原位拉伸未观察到位错的发射和运动<sup>[8]</sup>. 由此可知, 对形状记忆合金拉伸时是否出现滑移线以及它们和裂纹扩展的关系需要进一步研究. 利用扫描隧道显微镜 (STM) 或原子力显微镜 (AFM) 可以在细观或纳观尺度上研究加载裂尖的细节<sup>[9-11]</sup>. 如测量滑移舌头高度和滑移带间距<sup>[9]</sup>, 加载裂尖的原子像<sup>[10]</sup>. 安上加载台可在 AFM 下原位研究断裂和疲劳过程<sup>[11]</sup>. 因此本工作的目的是利用带有加载台的 AFM 原位研究 CuNiAl 形状记忆合金的相变、形变和裂纹形核、扩展的关系.

### 1 实验方法

材料为 CuAlNi 单晶, 成分 (质量分数, %) 为 Cu-

\* 国家重点基础研究专项资助 G1990650 以及国家自然科学基金资助 19891180

收到初稿日期: 2001-04-13, 收到修改稿日期: 2001-11-13

作者简介: 陆永浩, 男, 1967 年生, 副教授, 博士

4.5Ni-13.5Al. 用 X 射线衍射对单晶定向, 沿  $(011)_{\beta 1}$  面线切割成尺寸为  $20 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 0.6 \text{ mm}$  的单边缺口试样 (缺口深  $1 \text{ mm}$ , 半径为  $0.2 \text{ mm}$ ). 试样经机械抛光后在  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  保温  $24 \text{ h}$  后淬入液氮中以消除因抛光而引入的马氏体, 所有试样在含  $33\%$  硝酸的甲醇溶液中进行电解抛光.

拉伸实验在 NanoScope III AFM 上进行, 采用步进电机加涡轮杆驱动的拉伸装置, 并配有光学镜头. 对试样进行加载后用光学镜头和扫描探头轮换进行原位观察, 在加载中载荷不断升高.

## 2 实验结果与分析

缺口试样拉伸时, 首先产生马氏体, 如图 1a, 卸载时这些马氏体全部消失, 也看不到任何滑移线, 在原子力显微镜下观察, 马氏体对称地凸出于表面, 在马氏体上均匀

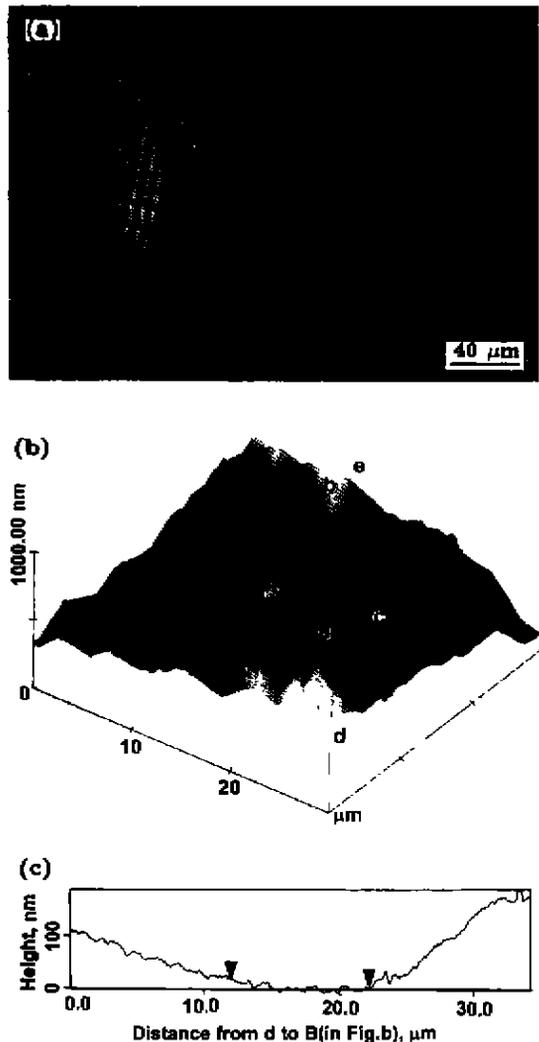


图 1 拉伸时前方缺口处的金相照片、AFM 图及马氏体上平行孪晶线的高度分布

Fig.1 Optical photography (a), AFM image (b) adjacent a loading notch and the height distribution of parallel twin along d-e in Fig.6 on martensite (c) in CuNiAl alloy

分布很多平行的细线, 如图 1b 中 a, c 所指处, 沿 ab 方向, 在 de 线上测量这些平行细线的高度分布, 如图 1c. 继续加载, 微裂纹在马氏体中脊线上形核, 如图 2a 上的 ab 所示. 把 ab 区域放大后发现, 微裂纹实际上是由一系列大小为  $100 \text{ nm}$  的微空洞连接而成的, 如图 2b. 继续拉伸, 这些微裂纹相互连接就导致裂纹沿马氏体扩展, 图 3a 是一个已扩展的主裂纹, 在裂尖 A 周围已布满了各种变体马氏体, 继续拉伸, 则裂尖 A 沿马氏体界面扩展到 B, 如图 3b. 继续拉伸, 则主裂纹扩展至位置 C, 与此同时在主裂纹侧面 D 处出现许多弯曲的滑移线, 如图 3c. 继续拉伸, 则微裂纹沿滑移线形核, 扩展, 并导致主裂纹发生分叉, 如图 3d. 把裂尖及其周围的滑移带放大, 如图 4a, 其中 A, B, C 为裂纹, a, b, c, d 为波纹状滑移线, 沿 ef 线测量的滑移带高度分布如图 4b. 裂纹 BC 的深度约为  $1.3 \text{ } \mu\text{m}$ , 滑移线呈台阶状, 台阶高度为  $20 \text{ nm}$ . 图 4 表明, 裂纹由 A 至 B 沿马氏体界面扩展, 而由 B 到 C 则沿滑移带 a 扩展, 图 4c 是马氏体上的一组平行滑移台阶, 仔细观察, 滑移带并不是严格的直线, 而呈波纹状, 这些滑移线的间距约  $2 \text{ } \mu\text{m}$ , 滑移台阶高约  $50 \text{ nm}$ . 与滑

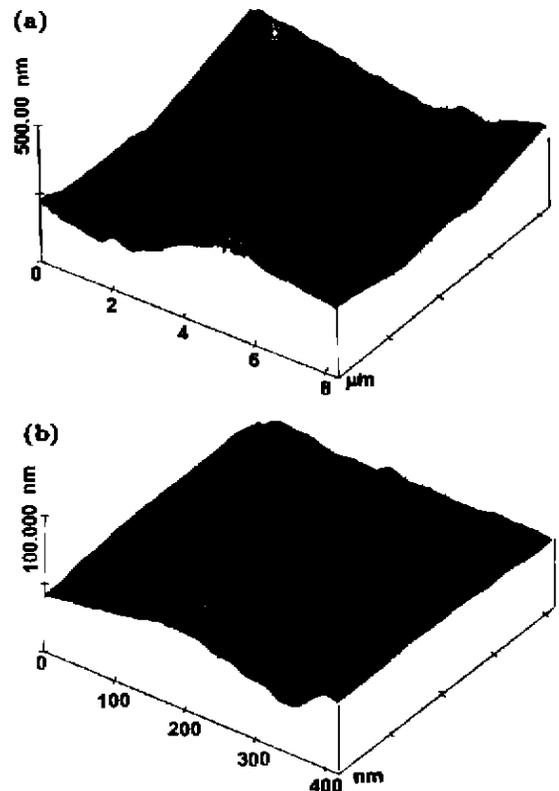


图 2 微裂纹沿马氏体形核及其局部放大图

Fig.2 The microcrack nucleation along martensitic interface (as shown as a-b) (a) and the magnified map of local (a-b) zone showing microcrack consisting with microholes (b)

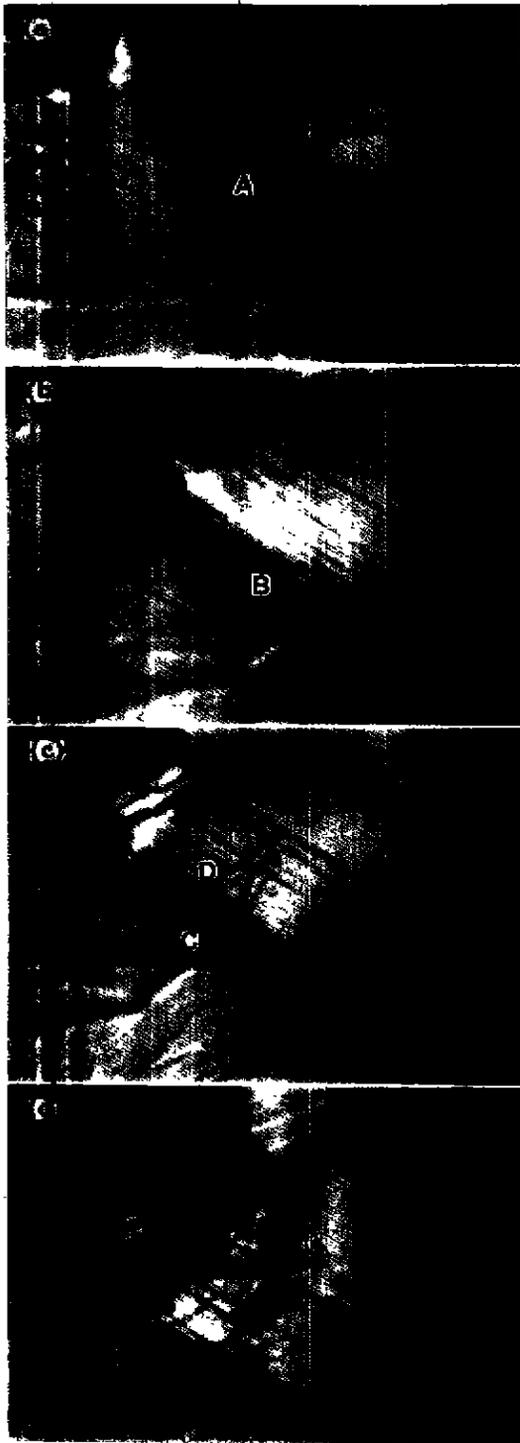


图3 原位拉伸时裂纹扩展和马氏体及滑移带的关系

Fig.3 Morphologies of crack proagation during in site tensile

(a) martensites ahead of the crack tip (A) (b) crack propagation to B along martensite boundary (c) slip band formation (D) (d) microcrack propagation along slip bands

移线垂直的细线和图 2a 上的细线相同，是密排的李晶。通过滑移这些李晶被切割呈台阶状。裂纹沿马氏体和与之

垂直的滑移线交替扩展，裂纹侧边变成直角锯齿状。图 5a 表明，ABCD 裂纹沿马氏体扩展，当裂纹扩展到 D 处就沿滑移带 df 扩展，图 5a 中 ab 和 ce 是和 df 平行的滑移带。图 5b 表明，和裂纹 AB 垂直的 ABC 面存在三个滑移台阶，裂纹切割通过滑移台阶后也变成台阶状。

一般认为，当材料加载或冷却时将会发生马氏体相变。因此应力诱发马氏体将在  $M_s$  温度以上发生。研究表明，应力诱发马氏体的临界应力 ( $\sigma_m$ ) 随实验温度的上升而线性升高，符合 Clausius-Clapeyron 关系 [12]。对具

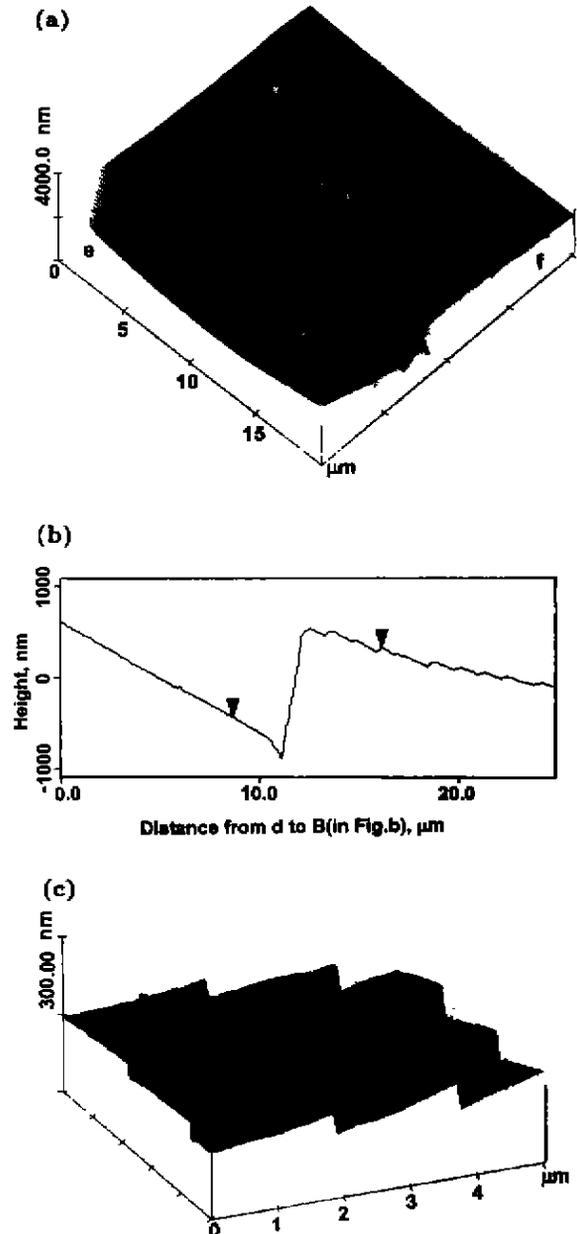


图4 马氏体上滑移带以及裂纹沿滑移带扩展

Fig.4 AFM images of crack tip zone A-B-C and slip bands a, b, c, d on martensite (a), the height distribution of crack tip and slip bands along e-f in Fig.a (b) and the slip step on martensite (c)

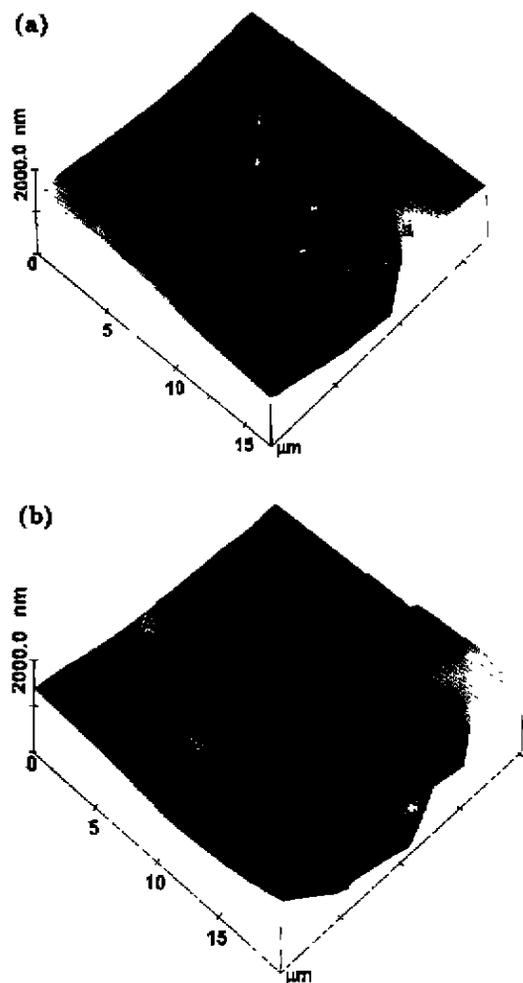


图5 裂尖滑移台阶与微裂纹形核的关系

Fig.5 AFM images showing crack ABCD propagation along slip band at position D (a) and microcrack containing steps after running across slip steps (b)

有  $DO_3$  结构的 CuNiAl 合金, 屈服应力  $\sigma_s$  非常高, 约 600 MPa<sup>[13]</sup>. 在室温时,  $\sigma_m < \sigma_s$ <sup>[14]</sup>, 因而室温加载时将首先形成马氏体而不发生塑性变形, 即在 TEM 中看不到位错发射、运动, 在拉伸试样表面也看不到滑移线. 对不发生马氏体相变的金属间化合物 (如 TiAl, Ti<sub>3</sub>Al), 拉伸时首先发射位错, 只有当位错发射、运动发展到临界条件, 微裂纹才形核<sup>[2,3]</sup>. 由此可知, 形状记忆合金的形变、断裂和一般金属材料不同, 当微裂纹沿马氏体/母相界面形核时, 需克服的表面能为<sup>[15]</sup>

$$2\gamma = 2\gamma_s - \gamma_b$$

其中  $\gamma_s$  为真实表面能,  $\gamma_b$  是马氏体/母相界面能或不同变体马氏体之间的界面能. 显然, 马氏体界面比母相或马氏体本身具有更低的断裂能, 因此微裂纹往往优先在界面上形核, 如图 2a 所示. 同样, 裂纹倾向于沿具有较低断

裂能的马氏体界面扩展. 但是, 当裂纹已扩展一段距离, 这时外加应力较大, 裂纹长度也较大, 从而裂纹尖端应力集中已超过屈服应力, 这时不但能诱发马氏体相变, 也可使位错发射和运动 (从而出现滑移带), 如图 3 和 4.

由于 CuNiAl 属于  $DO_3$  结构, 具有 4 个 110 面, 12 个滑移系. 这样当铜基形状记忆合金发生马氏体相变时, 存在 24 种马氏体变体<sup>[13]</sup>. 在发生马氏体相变时, 以孪晶作为点阵不变切变<sup>[16]</sup>, 如图 2, 4 上的细线即为马氏体上的孪晶. 发生马氏体相变的切变面就是滑移面, 它也是裂纹解理扩展的解理面. 如图 5b. 裂纹沿两类马氏体的相界面 ( $\{110\}$  面) 扩展和沿滑移带扩展均导致沿  $\{110\}$  面解理扩展. 因此, 当外应力足够大时, 裂纹可沿马氏体相界面或滑移带交替解理扩展. 如图 3 和 4.

### 3 结论

拉伸时, 裂纹尖端首先产生马氏体, 纳米微裂纹择优沿马氏体相界面形核. 但当外力较大, 且由于较长的裂纹扩展距离, 使裂尖应力集中足够时, 不但能诱发马氏体相变, 也可出现滑移带. 一旦出现滑移带, 裂纹也可沿马氏体或滑移带交替扩展.

### 参考文献

- [1] Zhen Q Z, Chu W Y, Hsiao C M. *Acta Metall Mater*, 1995; 43: 4371
- [2] Chu W Y, Gao K W, Wang Y B, Hsiao C M. *Sci Chin*, 1995; 38A: 1501
- [3] Chen Q Z, Gao K W, Chu W Y, Zhang Y. *Fatigue Frac Eng Mater Struc*, 1998; 21: 1415
- [4] Gao K W, Chu W Y, Gu B, Zhang T C, Qiao L J. *Corrosion*, 2000; 56: 515
- [5] Lu H, Lie M D, Wang T C, Chu W Y. *Sci Chin*, 1997; 40: 530
- [6] Lu H, Wang T C, Wang Y B, Chu W Y. *Corros Sci*, 1999; 41: 679
- [7] Lu Y H, Qiao L J, Chu W Y. *Acta Metall Sin*, accepted (陆永浩, 乔利杰, 褚武扬. 金属学报, 已接受)
- [8] Lu Y H, Qiao L J, Chu W Y. *Sci Chin*, 2001; 31A: 452 (陆永浩, 乔利杰, 褚武扬. 中国科学, 2001; 31A: 452)
- [9] Coupean C, Grilli J, Lepinus J. *Philos Mag*, 1997; 76A: 1139
- [10] Guan J J, Wang C, Chu W Y. *Scr Metall*, 1998; 39: 1211
- [11] Brinck A, Engelke C, Neubauser H. *Mater Sci Eng*, 1998; A258: 37
- [12] Miyazaki S, Otsuka K, Suzuki Y. *Scr Metall*, 1981; 15: 287
- [13] Miyazaki S, Otsuka K. *ISIJ International*, 1989; 29(5): 353
- [14] Miyazaki S, Otsuka K. In: Funakubo H ed., *Shape Memory Alloys*, New York: Gordon and Breach Sci Publ, 1987: 116
- [15] Chu W Y. *A Introduction to Fracture Mechanics*. Beijing: Science Press, 1979: 42 (褚武扬. 断裂力学基础. 北京: 科学出版社, 1979: 42)
- [16] Bowles J B, Mackenzie J K. *Acta Metall*, 1964; 2: 129